



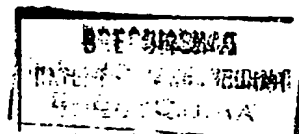
СОЮЗ СОВЕТСКИХ
СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ
РЕСПУБЛИК

(19) **SU** (11) **1535565** **A 1**

(51) 5 В 01 D 7/00

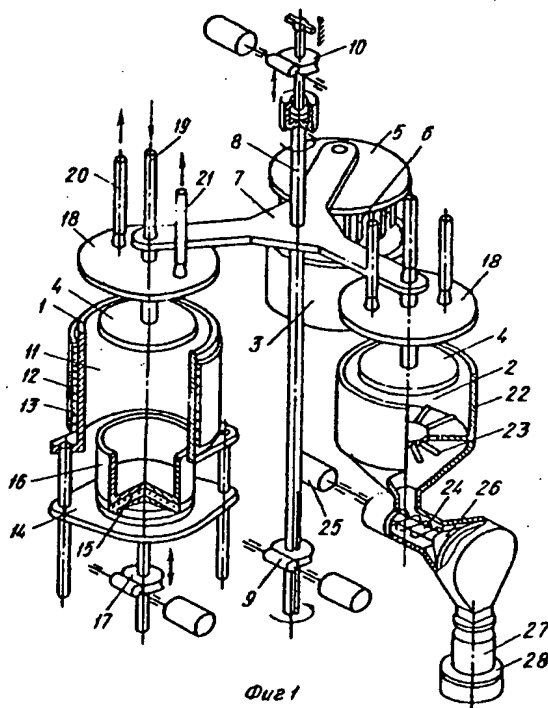
ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ
ПО ИЗОБРЕТЕНИЯМ И ОТКРЫТИЯМ
ПРИ ГКНТ СССР

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ



(21) 4397697/23-26
(22) 28.03.88
(46) 15.01.90. Бюл. № 2
(72) Ю.И. Александров, В.П. Варганов,
Г.А. Новиков, А.А. Пономарев, Е.И. Сте-
панов и В.Ф. Юшкевич
(53) 66.045(088.8)
(56) Александров Ю.И. и др. Разработ-
ка методов тонкой очистки органичес-
ких и элементоорганических соединений.
Тр. метр.ин-в СССР.Л.: Энергия.
Вып. 216(276) 1978, с. 10-16.

2
(54) УСТАНОВКА ДЛЯ ВАКУУМНОЙ СУБЛИМА-
ЦИИ
(57) Изобретение относится к технике
получения высокочистых веществ, может
быть использовано для автоматизиро-
ванной очистки веществ методом ваку-
умной сублимации и позволяет повысить
качество сублимата и обеспечить авто-
матизацию процесса. Установка содер-
жит узел 1 сублимации с герметичной
испарительной камерой 11, конденсато-
ром 4 и его приводом 9, узел 2 раз-



Фиг. 1

09 **SU** (11) **1535565** **A 1**

грузки сублимата и блок управления. В установке бункер 22 и резервуар расположены совместно с испарительной камерой 11 под углом 120° симметрично относительно вертикальной оси привода 9. Бункер 22 предназначен для сублимата, а резервуар является элементом мойки. На оси совместно с основным конденсатором 4 установлены дополнительный конденсатор для пофракционно-го отбора сублимата и крышка 5 с но-

жами 6 для измельчения сублимата. Привод 9 обеспечивает возможность подъема и поворота конденсаторов 4 так, что они могут поочередно размещаться в любом из узлов сублимации, разгрузки и мойки. Для удобства загрузки испарительная камера 11 выполнена в виде цилиндра с подвижным дном. Бункер 22 снабжен измельчителем 26 сублимата и приемником 27 для его сбора. 1 э.п. ф-лы, 2 ил.

Изобретение относится к технике получения высокочистых веществ и может быть использовано для автоматизированной очистки веществ методом вакуумной сублимации.

Целью изобретения является повышение качества сублимата и обеспечение автоматизации процесса.

На фиг. 1 и 2 изображена схема технологической стойки предлагаемой установки.

Установка (фиг. 1) содержит узел 1 вакуумной сублимации, узел 2 разгрузки и фасовки и мойку 3, которые расположены в горизонтальной плоскости под углом 120° друг к другу и симметрично относительно центральной вертикальной оси установки. Два конденсатора 4 (основной и дополнительный) и крышка 5 с ножами 6, являющаяся частью узла 2 разгрузки, также смонтированы симметрично под углом 120° и установлены на турели 7, которая неподвижно закреплена на штанге 8. Штанга 8 имеет привод 9 для осуществления поворота на 120° в обе стороны и привод 10, обеспечивающий возвратно-поступательное движение по вертикали. Узел 1 сублимации включает испарительную камеру 11. Корпус 12 испарительной камеры 11 выполнен в виде цилиндра из нержавеющей стали, открытого с обоих концов, на внешней поверхности которого размещен нагреватель 13 и термopара. Дно 14 испарительной камеры 11 представляет собой диск с нагревательным элементом 15 и термopарой, на которой устанавливается стакан 16 с очищаемым веществом. Дно 14 имеет привод 17, обеспечивающий вертикальное перемещение дна 14 со стаканом 16 и герметизацию испарительной камеры 11. Сверху ис-

парительная камера 11 имеет крышку 18, на которой неподвижно укреплен конденсатор 4. В крышке 18 имеются штуцеры 19 и 20 для подвода воды в конденсатор 4 и штуцер 21 для подсоединения испарительной камеры 11 к вакуумной системе. Узел 2 разгрузки представляет собой цилиндрический бункер 22 с решеткой 23, к которому снизу пристыкован измельчитель сублимата, включающий шнек 24 с приводом 25 и мельницей 26 и приемник 27 готового продукта, размещенный на подъемном столике 28. Мойка (фиг. 2) состоит из резервуара 29, в нижней части которого находится кольцевая перфорированная труба 30, подключенная к источнику сжатого воздуха, трех емкостей 31 для чистых растворителей с датчиками 32 уровней, двух емкостей 33 для сбора отработанных растворителей и системы трубопроводов 34 с электромагнитными клапанами 35. Для обеспечения изоляции от окружающей среды с целью улучшения условий труда и техники безопасности технологическая стойка монтируется в герметичном шкафу, который соединяется с системой вытяжной вентиляции.

Установка работает следующим образом.

Стакан 16 с очищаемым веществом устанавливают на дно 14 испарительной камеры 11 и с помощью привода 17 поднимают его до упора с корпусом 12 испарительной камеры 11. Включают двигатель привода 10 и штангу 8 с турелью 7 поднимают, затем включают двигатель привода 9 и турель поворачивают так, чтобы один конденсатор 4 был над узлом 1 сублимации, другой конденсатор 4 - над узлом 2 разгрузки сублимата, а крышка 5 - над мойкой 3.

Затем с помощью привода 10 турель 7 опускают так, чтобы крышка 18 плотно закрыла испарительную камеру 11, тогда вторая крышка 18 закрывает узел 2 разгрузки, а крышка 5 - мойку 3. Включают водяное охлаждение конденсаторов 4 и вакуум-насос, а также блок управления. Далее все операции технологического цикла идут автоматически по разработанному алгоритму. По достижении заданной глубины вакуума в испарительной камере 11 включаются нагреватели 13 и 15, а по достижении заданной температуры - таймер и в течение заданного времени осуществляется сублимация верхней фракции вещества, обогащенной легколетучими примесями. По истечении заданного времени нагреватели отключаются, а после охлаждения до заданной температуры вакуумная линия перекрывается и испарительная камера 11 сообщается с атмосферой. Турель 7 поднимается, поворачивается по часовой стрелке на угол 120° и опускается. При этом первый конденсатор с верхней фракцией вещества оказывается в мойке 3, второй конденсатор из узла 2 разгрузки переводится на место первого, а крышка 5 оказывается в узле 2 разгрузки. Крышка 18 герметично закрывает испарительную камеру 11 узла 1 сублимации. Включается вакуумная система и по достижении заданной глубины вакуума в испарительной камере 11 включаются нагреватели 13 и 15. При достижении заданной температуры в зоне испарения включается таймер и проводится сублимация основной фракции вещества на второй конденсатор 4. По истечении заданного времени нагреватели отключаются. При снижении температуры в испарительной камере 11 до заданного значения вакуумная система отключается и испарительная камера 11 сообщается с атмосферой. Турель 7 поднимается, поворачивается против часовой стрелки на угол 120° и снова опускается так, чтобы нижний край конденсатора 4 находился на высоте верхнего края бункера 22. При повороте турели 7 очищенное вещество срезается с конденсатора 4 и попадает на решетку 23. Затем турель 7 снова поднимается и поворачивается по часовой стрелке на угол 120° . Крышка 5 с ножами 6 устанавливается над узлом 2 разгрузки. При опускании турели 7 ножи 6 разламывают пласт сублимата о

ребра решетки и очищенное вещество попадает на шнек 24. Включается привод 25, и вещество размалывается в мельнице 26 и поступает в приемник 27 готового продукта. Технологический цикл очистки заканчивается. Одновременно с отделением основного продукта, его измельчением и фасовкой проводится загрузка в испарительную камеру 11 очередной партии вещества. Для этого дно 14 испарительной камеры опускают с помощью привода 17, снимают стакан с остатками вещества, заменяют другим стаканом с очищаемым веществом и дно устанавливают в прежнее положение. Такая конструкция узла 1 сублимации исключает необходимость мойки испарительной камеры 11 перед каждым циклом очистки, так как корпус 12, являясь горячей зоной, остается всегда чистым, а стакан на дне испарительной камеры, где собираются нелетучие примеси, каждый раз извлекается и заменяется чистым. Так как масса верхней фракции, обогащенной легколетучими примесями, составляет 15 - 20% от загрузки, то технологический цикл можно проводить несколько раз, не очищая конденсатор 4, пока на нем не образуется толстый слой сублимата (до 20 мм). Мойка конденсатора может проводиться по команде оператора также автоматически. В резервуар 29 подается растворитель из одной из трех емкостей 31 и сжатый воздух через трубу 30 для перемешивания и ускорения промывки. Затем первый растворитель через трубопровод с клапаном сливается в одну из емкостей 33, а в резервуар 29 заливается следующая порция растворителя. На конечной стадии осуществляется мойка дистиллированной водой и сушка. Для ускорения сушки в перфорированную трубу 30 подается подогретый воздух. Время каждой стадии промывки задается таймером. Затем с помощью приводов в узел мойки устанавливается второй конденсатор 4 и весь процесс мойки повторяется.

Автоматическое управление всеми приводами установки осуществляется с помощью блока управления в соответствии с заданным алгоритмом. Все приводы снабжены датчиками, необходимыми для сбора информации о состоянии приводов. Приводы и датчики расположены непосредственно в установке вакуумной сублимации. Остальные части

схемы автоматического управления соб-
раны в отдельном блоке управления.
Блок управления содержит вторичные
преобразователи сигналов датчиков,
программируемый таймер, управляющее
логическое устройство, триггеры и
усилители мощности. Программируемый
таймер и управляющее логическое уст-
ройство являются общими для всех при-
водов. Остальные элементы схемы управ-
ления специфичны для каждого привода
и поэтому их количество равно коли-
честву приводов. Конкретный выбор
элементов схемы управления определя-
ется типом привода и датчика.

Сигналы от каждого из датчиков,
зависящие от состояния приводов, пос-
тупают на соответствующие вторичные
преобразователи. Вторичные преобразо-
ватели усиливают эти сигналы и преоб-
разуют их в логические уровни, приня-
тые для ТТЛ - микросхем. Далее сигна-
лы поступают на входы управляющего
логического устройства, которое пред-
ставляет собой комбинационную схему,
реализующую заданный алгоритм аппарат-
ным способом. Управляющее логическое
устройство вырабатывает сигналы в виде
логических уровней, а также в виде пере-
ходов от одного логического уровня к дру-
гому. Этими сигналами включаются и вык-
лючаются триггеры, запоминающие ко-
манды. Таймер включается логическим
устройством, а выключается автоматич-
ески по истечении заданного интерва-
ла времени. Таймер имеет шестнадцать
регистров памяти и может в них хранить
значения интервалов времени от 0 до
999 мин. После отсчета текущего ин-
тервала времени таймер останавливает-
ся, выбирает следующий регистр памяти,
выдает сигналы логическому устройству
и ожидает от него следующей команды
запуска. Сигналы от триггеров посту-
пают на тиристорные усилители мощнос-
ти, от которых питаются приводы.

В качестве датчиков температуры
нагревателей использованы термпары
хромель-копель. Вторичная преобразо-
вателем сигналов термпар служит трех-
точечный потенциометр КСП-4 с трехпо-
зиционным регулирующим устройством
и с отдельной задачей на каждую точ-
ку. Этот прибор позволяет измерять,
записывать на диаграммную ленту и
регистрировать температуру в трех
точках. Для контроля остаточного дав-
ления в узле сублимации используется

вакуумметр 13ВТЗ-003, укомплектован-
ный датчиком ПМТ-6-3. Вакуумметр
имеет выходы сигнализации для двух
заданных значений остаточного давле-
ния, совместимые с ТТЛ-микросхемами.
Датчиками положения приводов подъема
и спуска служат нижние и верхние ко-
нечные микропереключатели типа МП, а
привода поворота турели вправо и вле-
во - три пары фотодиод - лампа нака-
ливания, между которыми расположен
цилиндрический экран с узкой щелью,
поворачивающийся вместе с турелью.

Датчики уровня растворителей и во-
ды в мойке представляют собой емкости,
образованные электродами и трубопрово-
дами. Вторичный преобразователь сигнала
датчиков уровня использован от сиг-
нализатора уровня СУС-16И на два конт-
ролируемых уровня. Таким образом, два
преобразователя принимают информа-
цию от четырех датчиков уровня -
одного датчика верхнего уровня и
трех отдельных датчиков нижнего уров-
ня (на каждый растворитель предназна-
чен отдельный датчик).

Управляющее логическое устройство,
триггеры и программируемый таймер
разработаны на базе микросхем 155-й
серии. Усилители мощности представля-
ют собой тиристорные реле с оптронной
развязкой входа и выхода. Эти части
схемы автоматического управления раз-
работаны с применением известных схе-
мотехнических решений. Возможно так-
же вместо этого аппаратного варианта
использование программируемого конт-
роллера К1-20 (МС 2702).

Таким образом, изобретение позволя-
ет объединить в одной замкнутой сис-
теме процессы вакуумной сублимации,
измельчения и фасовки продукта с ав-
томатической мойкой, что дает возмож-
ность полностью автоматизировать про-
цесс очистки и тем самым повысить ка-
чество продукции при улучшении условий
труда и техники безопасности.

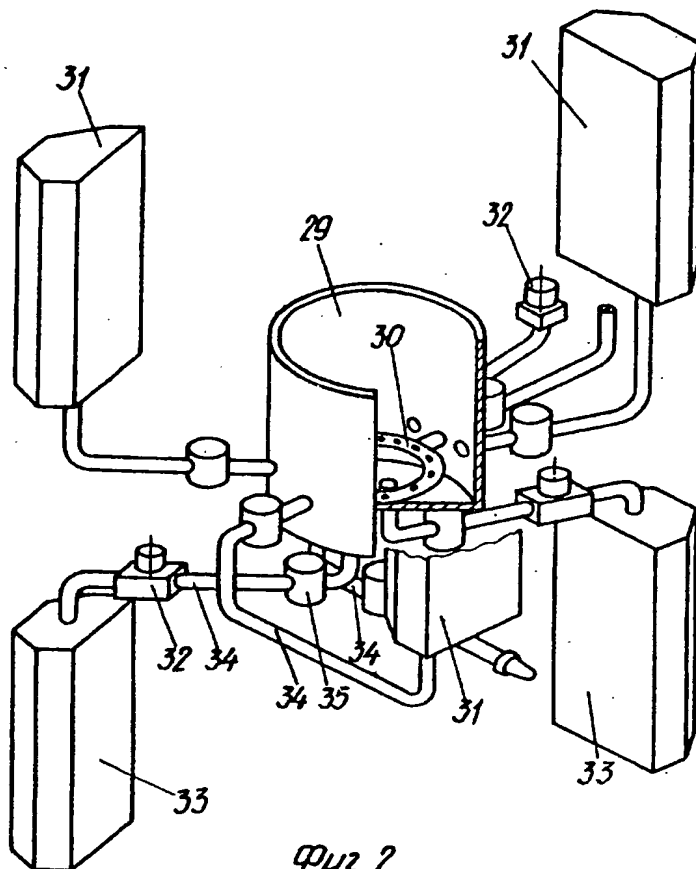
Ф о р м у л а и з о б р е т е н и я

1. Установка для вакуумной сублима-
ции, содержащая узел сублимации с гер-
метичной испарительной камерой и кон-
денсатором с крышкой, привод поворота
и возвратно-поступательного переме-
щения конденсатора, узел разгрузки суб-
лимата и блок управления, о т л и ч -

чающаяся тем, что, с целью повышения качества сублимата и обеспечения автоматизации процесса, установка снабжена бункером сублимата и мойкой, расположенными совместно с испарительной камерой под углом 120° симметрично относительно оси привода, дополнительной крышкой и дополнительным конденсатором с крышкой, соединенным с приводом и размещенным с воз-

можностью контактирования с камерой, бункером и мойкой, при этом испарительная камера выполнена цилиндрической и снабжена дном, установленным с возможностью перемещения.

2. Установка по п. 1, отличающаяся тем, что бункер снабжен измельчителем сублимата, закрепленным на его днище, и приемником для сбора сублимата.



Фиг. 2

Редактор А. Лежнина	Составитель А. Никитин	Корректор Э. Лончакова
Заказ 68	Тираж 536	Подписное
ВНИИПИ Государственного комитета по изобретениям и открытиям при ГКНТ СССР 113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5		
Производственно-издательский комбинат "Патент", г. Ужгород, ул. Гагарина, 101		